



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06056473 A**(43) Date of publication of application: **01.03.94**

(51) Int. Cl.

**C03C 13/04**  
**C03B 19/02**  
**C03B 37/012**  
**C03C 3/32**  
**G02B 6/00**  
**H01S 3/07**  
**H01S 3/17**

(21) Application number: **04206480**(22) Date of filing: **03.08.92**(71) Applicant: **FURUKAWA ELECTRIC CO  
LTD:THE**(72) Inventor: **FURUGUCHI MAKOTO  
IIDA YOSHITAKA  
OGURA KUNIO**(54) **OPTICAL WAVEGUIDE CONSISTING OF  
FLUOROGLASS**

(57) Abstract:

**PURPOSE:** To provide a preformed material for optical waveguides drawable over a long distance, composed of Pr plus  $\text{PbF}_2$ -doped ZBLAN-based fluoroglass as core,  $\text{HfF}_4$ -doped ZBLAN-based fluoroglass as clad, and plain ZBLAN-based fluoroglass as the outermost layer.

**CONSTITUTION:**

ZBLAN( $\text{ZrF}_4$ - $\text{BaF}_2$ - $\text{LaF}_3$ - $\text{AlF}_3$ - $\text{NaF}$ )-based fluoroglass doped with ca.2000ppm of Pr and ca.8mol% of  $\text{PbF}_2$  is

melted and cast in a mold to make a core rod ca.8mm in outer diameter, which is then drawn in an inert gas into a core rod ca.3mm in outer diameter. A second batch of ZBLAN-based fluoroglass doped with ca.40mol% of  $\text{HfF}_4$  is melted and cast in a mold and then put to drilling to make a pipe for clad inner layer ca.15mm and ca.3.5mm in outer and inner diameters, respectively. The doped rode, is then threaded into this pipe and heated to ca.300°C in an inert gas to form into a monolithic form. Similarly, a plain ZBLAN-based fluoroglass pipe is then threaded with the resultant core-clad rod.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&amp;Japio

4/n

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平6-56473

(43) 公開日 平成6年 (1994) 3月1日

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 0 3 C 13/04

C 0 3 B 19/02

37/012

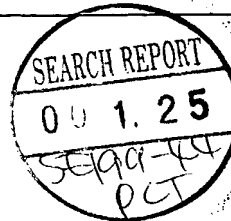
C 0 3 C 3/32

G 0 2 B 6/00

Z

A

3 7 6 B 7036-2K



審査請求 未請求 請求項の数1 (全 4 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平4-206480

(22) 出願日

平成4年 (1992) 8月3日

(71) 出願人 000005290

古河電気工業株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

(72) 発明者 古口 誠

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古河

電気工業株式会社内

(72) 発明者 飯田 義隆

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古河

電気工業株式会社内

(72) 発明者 小倉 邦男

東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古河

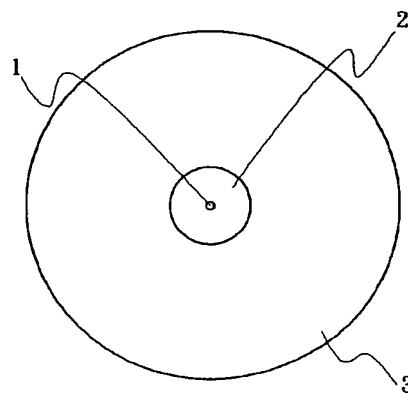
電気工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 フッ化物ガラス光導波路

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 線引時に失透せず破断しにくい、すなわち、長距離の線引が可能なフッ化物ガラス光導波路用母材を提供する。

【構成】 2000ppmのPrと 8mol%の PbF<sub>2</sub> をドープした ZBLAN系フッ化物ガラスを溶解し鋳型に鋳込んでコア部用ロッドを得た。40mol%の HfF<sub>4</sub> をドープした ZBLAN系フッ化物ガラスを溶解し鋳型に鋳込み穴開け加工を施してクラッド内層用のパイプを得た。コア部用ロッドを該クラッド内層用パイプの中に挿入し、不活性ガス中で加熱することによって一体化させ延伸することを繰り返して光導波路用ガラス母材を得た。母材の外側に別工程で作成した HfF<sub>4</sub> を含まない ZBLAN系フッ化物ガラスからなるクラッド最外層用パイプを配し、これをロッドインチューブ法によって線引を行った。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 コア部と該コア部を覆い、かつ該コア部の屈折率より小さい屈折率を有するクラッド部を有し、該クラッド部が主として ZBLAN( $\text{ZrF}_4$ - $\text{BaF}_2$ - $\text{LaF}_3$ - $\text{AlF}_3$ - $\text{NaF}$ )系フッ化物ガラスからなり、さらにハフニウム(Hf)も含有する光導波路において、前記クラッド部の最外層がHfを含有しないことを特徴とするフッ化物ガラス光導波路。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、主として光通信システムの中継部に使用される光増幅用光導波路(光ファイバを含む)に関するものである。

## 【0002】

【従来技術】 光通信システムは発光部、中継部および受光部から構成され、これらの間は光導波路で結ばれている。この中継部は、伝送する信号光が光導波路中を伝搬する際の伝送損失およびパルスの広がりを補償するものである。従来、その構成は信号光を一度電気信号に変換して補償した後、半導体レーザを用いて信号光に変換するというものであった。しかしながら、この方法は装置の構成が極めて複雑であるため高価であるという欠点があった。そこで最近、低価格の中継部を提供するために、中継部での発光源として希土類元素を用いることが考えられている。具体的には、希土類元素をホストガラスにドープしたものをコア部として光導波路を作製し、この光導波路により波長が $1.3\mu\text{m}$ または $1.55\mu\text{m}$ の信号光を直接増幅することが試みられている。特にこれらの希土類元素のうち、プラセオジウム(Pr)をコア部にドープした ZBLAN( $\text{ZrF}_4$ - $\text{BaF}_2$ - $\text{LaF}_3$ - $\text{AlF}_3$ - $\text{NaF}$ )系フッ化物ガラスのシングルモード型光導波路は、波長が $1.3\mu\text{m}$ の信号光を効率よく増幅するものとして注目されている。

【0003】 通常、この種の ZBLAN系フッ化物ガラス光導波路は、屈折率を高くするためにコア部全体に  $\text{PbF}_2$  を、一方クラッド部全体には屈折率を低くするために HfF<sub>4</sub> をドープした組成のものが使用されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、クラッド部にHf、具体的には HfF<sub>4</sub> をドープした ZBLAN系フッ化物ガラス光導波路は、HfF<sub>4</sub> をドープしない ZBLAN系フッ化物ガラスからなるクラッド部を有する光導波路に比べて失透しやすく、この失透により光導波路が劣化し、線引中に破断するという問題があった。ところが、屈折率を下げる物質としてHfは一般的であり、またその効果は非常に大きいことが分かっている。現在、Hfに代わる屈折率を下げる物質が見つからないため、問題が多少あっても使用せざるを得ない状況にある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明の目的は、線引時

に失透しにくい、すなわち、破断しにくい ZBLAN系フッ化物ガラス光導波路を提供することにある。したがって、本発明によれば、クラッド部が主として ZBLAN系フッ化物ガラスからなり、かつHfも含有されるフッ化物ガラス光導波路において、前記クラッド部の最外層がHfを含有しないことを特徴とする光導波路が提供される。

## 【0006】

【作用】 クラッド部全体にHf、具体的には HfF<sub>4</sub> をドープする従来方法では、表1の比較例2~4に示すようにクラッド部にドープする HfF<sub>4</sub> の量が微量であっても、母材は結晶化により失透することがわかった。この結晶化の原因は、HfF<sub>4</sub> をドープすることによってガラスの構造がより疎になり、このことがガラス表面と水分の結合に影響を及ぼし、結果として線引時に母材表面の水分が除去できなくなって結晶化しやすくなったことによる、と考えられる。そこで、この対策としてクラッドの最外層部を HfF<sub>4</sub> をドープしない ZBLAN系フッ化物ガラスとしたところ実施例に示すように結晶化を抑えることができた。

## 【0007】

【実施例】 以下、本発明の実施例を詳細に説明する。実施例として、2000ppmのPrと8mol%の  $\text{PbF}_2$  をドープした ZBLAN系フッ化物ガラスを溶解し鑄型に鑄込むことにより、外径が8mmのコア部用ロッドを作成した。次いで、前記コア部用ロッドを不活性ガス中、具体的にはアルゴンガス中で延伸して、外径3mmのコア部用ロッドを得た。また、40mol%の HfF<sub>4</sub> をドープした ZBLAN系フッ化物ガラスを溶解し鑄型に鑄込んだ後、穴開け加工を施して外径15mm、内径3.5mmのクラッド内層用のパイプを得た。前記コア部用ロッドを該クラッド内層用パイプの中に挿入し、不活性ガス中、具体的にはアルゴンガス中で約300℃に加熱することによって一体化させ、この後にさらに延伸することを繰り返して前記コア部とクラッド内層からなる、外径3mmの光導波路用ガラス母材(クラッド内層径/コア部径比は約10)を得た。また、HfF<sub>4</sub> を含まない ZBLAN系フッ化物ガラスを溶解させた後、鑄込みを行い、これに穴開け加工を施して外径10.6mm、内径4.0mmのクラッド最外層用パイプを得た。前記光導波路用ガラス母材を外側に該クラッド最外層用パイプ内に配し、これをロッドインチューブ法によって、所定の線速に設定して線引を行った。この線引の際、光導波路の破断の回数の調査と破断箇所を透過型電子顕微鏡で観察することによる結晶化の有無の調査を行ったところ、表1に示すように破断回数が少なく、結晶化の見られない光導波路を得ることができた。

【0008】 比較例として、実施例と同様に2000ppmのPrと8mol%の  $\text{PbF}_2$  をドープしたZBLAN系フッ化物ガラスを溶解し鑄型に鑄込むことにより、外径が8mmのコア部用ロッドを作成した。次いで、前記コア部用ロッドを不活性ガス中、具体的にはアルゴンガス中で延伸して、

外径 3mmのコア部用ロッドを得た。また、 $\text{HfF}_4$  をそれぞれ、0、0.5、10、40mol%含有する（各々順に比較例1、比較例2、比較例3、比較例4とする）ZBLAN系フッ化物ガラスを溶解し鋳型に鋳込んだ後、穴開け加工を施して、外径15mm、内径 3.5mmのクラッド部用のパイプを得た。前記コア部用ロッドを該クラッド部用パイプ中に挿入し、不活性ガス中、具体的にはアルゴンガス中で約 300℃に加熱することによって一体化させ、光導波路用ガラス母材（クラッド径／コア径比は約30）を作成した。これらの母材を線引炉にセットし、炉内を窒素ガスで置換した後に約 300℃に加熱しながら、実施例と同一の線速に設定して線引を行った。この際、実施例と同様の方法で光導波路の破断の調査、および結晶の有無の調査を行ったところ、表1のような結果を得た。

【0009】実施例および各比較例の結果は、表1に示すように程度の差はあれ、 $\text{HfF}_4$  をドーピングした ZBLAN系フッ化物ガラス光導波路は破断回数が多く、その破断箇

評価結果

	クラッド中の $\text{HfF}_4$ 濃度 (mol%)	線引長(m)	破断回数	結晶化の有無
比較例1	0 (クラッド全体)	500	2	無し
比較例2	0.5 (クラッド全体)	507	10	有り
比較例3	10 (クラッド全体)	650	9	有り
比較例4	40 (クラッド全体)	470	13	有り
実施例	40 (クラッド内層) 0 (クラッド最外層)	501	1	無し

## 【0011】

【発明の効果】本発明の目的は、線引時に失透せず破断しにくい、すなわち、長尺の線引が可能なフッ化物ガラス光導波路を提供することである。本発明によれば、クラッド部が主として ZBLAN系フッ化物ガラスからなり、さらにHfも含有する光導波路において、クラッド部の最外層にHfを含有しない層を設けたことを特徴とするフッ化物ガラス光導波路を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

所で結晶化が観察されることが分かった。その一方、本発明によるクラッド最外層が $\text{HfF}_4$  を含まない ZBLAN系フッ化物光導波路と比較例1のクラッド全体が $\text{HfF}_4$  を含まない ZBLAN系フッ化物ガラス光導波路、すなわち、どちらもクラッドの一番外側には $\text{HfF}_4$  を含まない ZBLAN系フッ化物ガラス光導波路だけは破断や結晶が観察されなかった。このことから、結晶化からなる失透を防止するために、光導波路に $\text{HfF}_4$  を含まない最外層を設けることは有効な手段であることがわかる。尚、実施例中では、Hfを含まない ZBLAN系フッ化物ガラスよりなるクラッド最外層は比較的厚くなっているが、該最外層を設けるのは、Hfを含有するクラッド内層と、例えば大気中の水分とが直接接触しないようにすることが主目的であるから、極めて薄い層であっても、その効果は充分である。

【0010】

【表1】

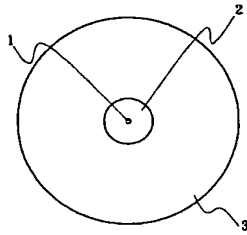
【図1】本発明の実施例の光導波路の断面図である。

【図2】本発明の比較例の光導波路の断面図である。

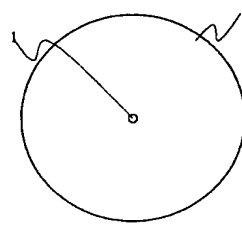
【符号の説明】

- 1 コア部
- 2 Hfを含む ZBLAN系フッ化物ガラスからなるクラッド内層（実施例）またはクラッド部（比較例）
- 3 Hfを含まない ZBLAN系フッ化物ガラスからなるクラッド最外層

【図1】



【図2】



---

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>

H01S 3/07  
3/17

識別記号

庁内整理番号

8934-4M

8934-4M

F I

技術表示箇所